

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

26. 4. 2004

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application: 2003年 5月13日

出願番号
Application Number: 特願2003-135085
[ST. 10/C]: [JP 2003-135085]

REC'D 01 JUL 2004

WIPO

PCT

出願人
Applicant(s): 信越半導体株式会社

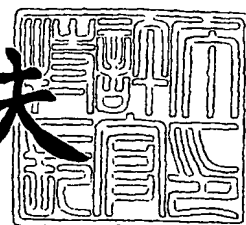
BEST AVAILABLE COPY

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 6月 3日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 0300015

【提出日】 平成15年 5月13日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C30B 15/00

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部 2 丁目 1 3 番 1 号 信越半導体株式会社
社 半導体磯部研究所内

【氏名】 飯田 誠

【特許出願人】

【識別番号】 000190149

【氏名又は名称】 信越半導体株式会社

【代理人】

【識別番号】 100102532

【弁理士】

【氏名又は名称】 好宮 幹夫

【電話番号】 03-3844-4501

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 043247

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9703915

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 単結晶の製造方法及び単結晶

【特許請求の範囲】

【請求項1】 チョクラルスキー法により原料融液から種結晶を引上げて単結晶を製造する方法において、単結晶を引上げる際の引上げ速度を V (mm/min)、固液界面の温度勾配を G (K/mm)、ルツボと原料融液の界面での最高温度を T_{max} ($^{\circ}\text{C}$) とした時、少なくとも T_{max} ($^{\circ}\text{C}$) に応じて所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する V/G 値 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) の範囲を決定し、その決定した範囲に V/G ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) の値を制御して単結晶を引上げることを特徴とする単結晶の製造方法。

【請求項2】 前記 V/G 値 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) を、 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.38$ 未満の範囲に制御して単結晶を引上げることを特徴とする請求項1に記載の単結晶の製造方法。

【請求項3】 前記 V/G 値 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) を、 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.38$ 以上の範囲に制御して単結晶を引上げることを特徴とする請求項1に記載の単結晶の製造方法。

【請求項4】 前記 V/G 値 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) を、 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.35$ 以下の範囲に制御して単結晶を引上げることを特徴とする請求項1に記載の単結晶の製造方法。

【請求項5】 前記 T_{max} ($^{\circ}\text{C}$) を、 1560°C 以下の範囲として単結晶を引上げることを特徴とする請求項1乃至請求項4のいずれか1項に記載の単結晶の製造方法。

【請求項6】 前記 T_{max} ($^{\circ}\text{C}$) を、少なくとも、原料融液を収容するルツボと該ルツボを囲繞するように配置されたヒーターとの間に断熱材を設けること、又はルツボ底面部に断熱材を配設することにより変更することを特徴とする請求項1乃至請求項5のいずれか1項に記載の単結晶の製造方法。

【請求項7】 前記単結晶をシリコンとすることを特徴とする請求項1乃至請

求項 6 のいずれか 1 項に記載の単結晶の製造方法。

【請求項 8】 前記単結晶の直径を 200 mm 以上とすることを特徴とする請求項 1 乃至請求項 7 のいずれか 1 項に記載の単結晶の製造方法。

【請求項 9】 請求項 1 乃至請求項 8 のいずれか 1 項に記載の方法で製造された単結晶。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、チョクラルスキー法による単結晶の製造方法に関し、特に、所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域の単結晶を製造する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

半導体デバイスの基板として用いられる単結晶は、例えばシリコン単結晶があり、主にチョクラルスキー法 (Czochralski Method、以下 CZ 法と略称する) により製造されている。

【0003】

CZ 法により単結晶を製造する際には、例えば図 2 に示すような単結晶製造装置 1 を用いて製造される。この単結晶製造装置 1 は、例えばシリコンのような原料多結晶を収容して溶融するための部材や、熱を遮断するための断熱部材などを有しており、これらは、メインチャンバー 2 内に収容されている。メインチャンバー 2 の天井部からは上に伸びる引上げチャンバー 3 が接続されており、この上部に単結晶 4 をワイヤー 5 で引上げる機構 (不図示) が設けられている。

【0004】

メインチャンバー 2 内には、溶融された原料融液 6 を収容する石英ルツボ 7 とその石英ルツボ 7 を支持する黒鉛ルツボ 8 が設けられ、これらのルツボ 7、8 は駆動機構 (不図示) によって回転昇降自在にシャフト 9 で支持されている。このルツボ 7、8 の駆動機構は、単結晶 4 の引上げに伴う原料融液 6 の液面低下を補償すべく、ルツボ 7、8 を液面低下分だけ上昇させるようにしている。

【0005】

そして、ルツボ7、8を圍繞するように、原料を溶融させるための黒鉛ヒーター10が配置されている。この黒鉛ヒーター10の外側には、黒鉛ヒーター10からの熱がメインチャンバー2に直接輻射されるのを防止するために、断熱部材11がその周囲を取り囲むように設けられている。

【0006】

また、引上げた単結晶を冷却する冷却筒12とその下部に黒鉛筒13が設けられ、これに上部より冷却ガスを下流して引上げた単結晶を冷却できるようにしている。さらに、黒鉛筒13の外側下端に原料融液6と対向するように断熱材14を設けて原料融液6の表面からの輻射をカットするとともに原料融液6の表面を保温するようにしている。

【0007】

以上のような単結晶製造装置1内に配置された石英ルツボ7に原料多結晶を収容し、黒鉛ヒーター10により加熱し、石英ルツボ7内の多結晶原料を溶融させる。このように多結晶原料を溶融させたものである原料融液6に、ワイヤー5の下端に接続している種ホルダー15で固定された種結晶16を着液させ、その後、種結晶16を回転させながら引上げることにより、種結晶16の下方に所望の直径と品質を有する単結晶4を育成する。この際、種結晶16を原料融液6に着液させた後に、直径を3mm程度に一旦細くして絞り部を形成するいわゆる種絞り（ネッキング）を行い、次いで、所望の口径になるまで太らせて、無転位の結晶を引上げている。

【0008】

このようなCZ法によって製造されるシリコン単結晶は、主として半導体デバイスの製造に用いられる。近年、半導体デバイスでは高集積化が進み、素子の微細化が進んでいる。素子の微細化が進むことで、結晶成長中に導入されるGrown-in結晶欠陥の問題がより重要となっている。

【0009】

ここで、Grown-in結晶欠陥について説明する（図5参照）。

シリコン単結晶において、結晶成長速度が比較的高速の場合には、空孔型の点欠陥が集合したボイド起因とされているFPD（Flow Pattern D

effect) やCOP (Crystal Originated Particle) 等のGrown-in欠陥が結晶径方向全域に高密度に存在し、これら欠陥が存在する領域はV (Vacancy) 領域と呼ばれている。また、成長速度を低めていくと成長速度の低下に伴いOSF (酸化誘起積層欠陥、Oxidation Induced Stacking Fault) 領域が結晶の周辺からリング状に発生し、さらに成長速度を低速にすると、OSFリングがウェーハの中心に収縮して消滅する。一方、さらに成長速度を低速にすると格子間シリコンが集合した転位ループ起因と考えられているLSEPD (Large Seco Etch Pit Defect)、LFPD (Large Flow Pattern Defect) 等の欠陥が低密度に存在し、この欠陥が存在する領域はI (Interstitial) 領域と呼ばれている。

【0010】

近年、V領域とI領域の中間でOSFリングの外側に、空孔起因のFPD、COP等も、格子間シリコン起因のLSEPD、LFPD等も存在しない領域の存在が発見されている。この領域はN (ニュートラル、Neutral) 領域と呼ばれる。また、このN領域をさらに分類すると、OSFリングの外側に隣接するN_v領域 (空孔の多い領域) とI領域に隣接するN_i領域 (格子間シリコンが多い領域) とがあり、N_v領域では、熱酸化処理をした際に酸素析出量が多く、N_i領域では酸素析出が殆ど無いことがわかっている。

さらに、熱酸化処理後、酸素析出が発生し易いN_v領域の一部に、Cuデポジション処理で検出される欠陥が著しく発生する領域 (以下、Cuデポ欠陥領域とする。) があることが見出されており、これは酸化膜耐圧特性のような電気特性を劣化させる原因になることがわかっている。

【0011】

これらのGrown-in欠陥は、引上げ速度 (V) と固液界面の温度勾配 (G) の比であるV/G値というパラメーターにより、その導入量が決定されと考えられている (例えば、非特許文献1参照。)。すなわち、V/G値が一定になるように、引上げ速度と温度勾配を調節すれば、所望の欠陥領域、あるいは所望の無欠陥領域で単結晶を引上げることができる。

【0012】

例えば、シリコン単結晶を引上げる際に、 V/G 値を制御して、無欠陥単結晶を引上げる（例えば、特許文献1参照。）、面内にOSFリングまたはOSFリング中の核を有し、且つゲッターリング能力を有する単結晶を引上げる（例えば、特許文献2参照。）等が開示されている。また、 V/G 値を制御し、さらに窒素を添加してI領域のシリコン単結晶を育成すること（例えば、特許文献3参照。）や同じく窒素を添加して単結晶中の欠陥のサイズと密度と分布が均一な単結晶を育成すること（例えば、特許文献4参照。）が開示されている。そして、このように製造された単結晶から、例えば、全面よりV領域やI領域を排除したN領域のウェーハ、OSFを外周に配置したウェーハ、あるいはCuデポ欠陥領域がないN領域のウェーハ等を製造することができる。

【0013】

しかし、例えば全面がN領域の単結晶を引上げる場合には、実際に欠陥分布を調査して該領域を有する V/G 値を求め、その求めた V/G 値で単結晶を引上げるのだが、予想した V/G 値と、実際に全面N領域の単結晶を得ることができる V/G 値とが異なる事例が、数多く存在した。特に、引上げ速度 V を速めて所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域の単結晶の生産性を上げるために、固液界面の温度勾配 G が大きくなるように炉内構造（ホットゾーン：HZ）を設定したにもかかわらず、実際には引上げ速度 V を予想の速度 V より低速にしなければ、所望品質の単結晶を引上げることができない場合も見受けられた。このように、所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する V/G 値の正確な値が明らかでなく、効率良く高品質の単結晶を得ることが困難であるという問題があった。

【0014】

【特許文献1】

特開平11-147786号公報

【特許文献2】

特開2000-44388号公報

【特許文献3】

特開平11-349394号公報

【特許文献 4】

特開 2002-57160 号公報

【非特許文献 1】

V. V. Voronkov, Journal of Crystal Growth, 59(1982), 625~643

【0015】

【発明が解決しようとする課題】

本発明はこのような問題点に鑑みてなされたもので、 V/G 値を制御して単結晶を引上げる際に、より正確に所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する V/G 値を決定することができ、より確実に所望品質の単結晶を引上げることができる単結晶の製造方法を提供することを目的とする。

【0016】

【課題を解決するための手段】

本発明は、上記課題を解決するためになされたもので、チョクラルスキー法により原料融液から種結晶を引上げて単結晶を製造する方法において、単結晶を引上げる際の引上げ速度を V (mm/min)、固液界面の温度勾配を G (K/mm)、ルツボと原料融液の界面での最高温度を T_{max} ($^{\circ}\text{C}$) とした時、少なくとも T_{max} ($^{\circ}\text{C}$) に応じて所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する V/G 値 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) の範囲を決定し、その決定した範囲に V/G ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) の値を制御して単結晶を引上げることの特徴とする単結晶の製造方法を提供する（請求項 1）。

【0017】

このように、少なくとも T_{max} ($^{\circ}\text{C}$) に応じて所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する V/G 値 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) の値を修正してその範囲を決定し、その決定した範囲に V/G ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) の値を制御して単結晶を引上げることで、所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する V/G 値 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) をより正確に決定することができるため、所望欠陥領域及び／又は無欠陥領域の単結晶をより確実に引上げることができる。また、様々な単結晶装置に応じた所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する V/G 値

を正確に予想できる他、単結晶製造装置を設計する際にも有用である。そして、これによって、所望品質を有する単結晶を効率良く製造することができる。

尚、ここで、固液界面の温度勾配 G (K/mm) とは、原料の融点 (シリコンの場合 $1412^{\circ}C$) $\sim 1400^{\circ}C$ の範囲での温度勾配のことを言う。また、 V/G 値 ($mm^2/K \cdot min$) の制御とは、結晶の径方向ほぼ全域 (外周辺 $0 \sim 2$ cm は外方拡散領域なので除く) に渡る V/G 値の制御のことを言う。

【0018】

この場合、前記 V/G 値 ($mm^2/K \cdot min$) を、 $-0.000724 \times T_{max} + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times T_{max} + 1.38$ 未満の範囲に制御して単結晶を引上げることができる (請求項 2)。

【0019】

このように、 V/G 値 ($mm^2/K \cdot min$) を、 $-0.000724 \times T_{max} + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times T_{max} + 1.38$ 未満の範囲に制御して単結晶を引上げることで、確実に N 領域及び／又は OSF 領域を有する単結晶を製造することができる。

より好ましくは、 V/G 値 ($mm^2/K \cdot min$) を、 $-0.000724 \times T_{max} + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times T_{max} + 1.37$ 以下の範囲に制御して単結晶を引上げることで、確実に N 領域を有する単結晶を製造することができる。

【0020】

この場合、前記 V/G 値 ($mm^2/K \cdot min$) を、 $-0.000724 \times T_{max} + 1.38$ 以上の範囲に制御して単結晶を引上げることができる (請求項 3)。

【0021】

このように、前記 V/G 値 ($mm^2/K \cdot min$) を、 $-0.000724 \times T_{max} + 1.38$ 以上の範囲に制御して単結晶を引上げることで、確実に OSF リングを外方に排除した単結晶を製造することができる。

【0022】

この場合、前記 V/G 値 ($mm^2/K \cdot min$) を、 $-0.000724 \times T$

$\text{max} + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.35$ 以下の範囲に制御して単結晶を引上げることができる（請求項4）。

【0023】

このように、 V/G 値 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) を、 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.35$ 以下の範囲に制御して単結晶を引上げること、確実に Cu デポ欠陥領域のない N 領域を有する単結晶を製造することができる。

【0024】

この場合、前記 T_{max} ($^{\circ}\text{C}$) を、 1560°C 以下の範囲として単結晶を引上げるのが好ましい（請求項5）。

【0025】

このように、 T_{max} ($^{\circ}\text{C}$) を、 1560°C 以下の範囲とすることで、 V/G 値を十分に大きいものとすることができる。従って、所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する単結晶を引上げる際の引上げ速度 V (mm/min) を十分に速めることができ、単結晶の生産性を十分に高めることができる。

【0026】

この場合、前記 T_{max} ($^{\circ}\text{C}$) を、少なくとも、原料融液を収容するルツボと該ルツボを囲繞するように配置されたヒーターとの間に断熱材を設けること、又はルツボ底面部に断熱材を配設することにより変更することができる（請求項6）。

【0027】

このように、少なくとも、原料融液を収容するルツボと該ルツボを囲繞するように配置されたヒーターとの間に断熱材を設けること、又はルツボ底面部に断熱材を配設することにより、 T_{max} ($^{\circ}\text{C}$) を、所望温度に変更することができる。

【0028】

この場合、前記単結晶をシリコンとすることができる（請求項7）。

【0029】

本発明の単結晶の製造方法は、近年、単結晶製造装置が多様化し、所望欠陥領

域及び／又は所望無欠陥領域を有するV/G値を正確に決定することが困難となっている上に、品質に対する要求が厳しいものとなっているシリコン単結晶を製造するのに、特に適している。

【0030】

この場合、前記単結晶の直径を200mm以上とすることができる（請求項8）。

【0031】

本発明の単結晶の製造方法は、近年、需要が高まり、品質に対する要求も厳しくなっている直径200mm以上の単結晶を製造するのに、特に有効である。

【0032】

そして、このような本発明の単結晶の製造方法で製造された単結晶は、高品質なものである（請求項9）。

【0033】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態について説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

本発明者らは、実験やシミュレーションなどを駆使して鋭意調査を進めた結果、予想したV/G値と実際のV/G値が食い違う事例、例えば、同じ欠陥分布の単結晶であるが、所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域の単結晶を引上げるために予想した引上げ速度Vと実際の引上げ速度Vが異なる事例は、様々な形態の炉内構造（ホットゾーン：HZ）で所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域の単結晶を引上げる場合に、各々のHZに応じてその領域を有するV/G値が異なることが原因であることを見出した。そこで、本発明者らは、様々なHZで共通して用いることのできるパラメーターを見出すことができれば、そのパラメーターを用いることで、各々のHZに応じてより適切なV/G値を決定することができることに想到し、本発明を完成させた。

【0034】

すなわち、本発明は、チョクラルスキー法により原料融液から種結晶を引上げて単結晶を製造する方法において、単結晶を引上げる際の引上げ速度をV（mm

／min)、固液界面(原料の融点～1400℃)の温度勾配を G (K/mm)、ルツボと原料融液の界面での最高温度を T_{max} (℃)とした時、少なくとも T_{max} (℃)に応じて所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する V/G 値 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) の範囲を決定し、その決定した範囲に V/G ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) の値を結晶の径方向ほぼ全域(外周辺0～2cmは除く)に渡り制御して単結晶を引上げることを特徴とする単結晶の製造方法を提供する。

【0035】

このように、本発明では、様々なHZで共通して用いることのできるパラメーターとして V/G 値の他にルツボと原料融液の界面での最高温度 T_{max} (℃)を用いる。この T_{max} (℃)は、例えば、ルツボの底から外周に向かって2cm刻みで熱電対を配置して温度を測定することで得ることができるし、また、シミュレーションにより計算して求めることもできる。

【0036】

ここで、図4は、 N_v 領域と N_i 領域の境界の V/G 値と T_{max} (℃)の関係を示すグラフである。図4から明らかなように、 V/G 値と T_{max} (℃)はきれいな相関があり、所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する V/G 値を決定する際の、極めて有用なパラメーターであることが判る。すなわち、制御すべき V/G 値を決定するには、 T_{max} (℃)による補正が必要である。

【0037】

したがって、少なくとも T_{max} (℃)に応じて所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する V/G 値 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) の範囲を決定し、その決定した範囲に V/G ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) の値を制御して単結晶を引上げることで、所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域の単結晶を確実に引上げることができる。また、所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する V/G 値 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) を、様々なHZのそれぞれに応じてより正確に決定することができるため、どのようなHZを有する装置を用いても、効率良く所望品質の結晶を得ることができるし、単結晶製造装置を設計する際にも有用である。

【0038】

そこで、所望欠陥領域及び／又は無欠陥領域の単結晶となる V/G 値と T_{ma}

xの範囲について、さらに詳細に調査した結果を図3に示す。図3(a)は、N領域及びOSF領域となるV/G値とTmaxの範囲を示すグラフである。また、図3(b)は、V領域となるV/G値とTmaxの範囲を示すグラフである。さらに、図3(c)は、Cuデポ欠陥領域のないN領域となるV/G値とTmaxの範囲を示すグラフである。

【0039】

図3(a)から明らかなように、V/G値($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$)を、 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.38$ 未満の範囲に制御して単結晶を引上げることで、確実にN領域及び／又はOSF領域を有する単結晶を製造することができる。

より好ましくは、V/G値($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$)を、 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.37$ 以下の範囲に制御して単結晶を引上げることで、確実にN領域を有する単結晶を製造することができる。

【0040】

また、図3(b)から明らかなように、V/G値($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$)を、 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.38$ 以上の範囲に制御して単結晶を引上げることで、確実にOSFリングを外方に排除した単結晶を製造することができる。

【0041】

さらに、図3(c)から明らかなように、V/G値($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$)を、 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.35$ 以下の範囲に制御して単結晶を引上げることで、より確実にCuデポ欠陥領域のないN領域を有する単結晶を製造することができる。

【0042】

また、図3(a)～(c)を見て判るように、Tmax(°C)を、1560°C以下の範囲とすることで、所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有するV/G値($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$)を十分に高いものとすることができる。例えば、図3(a)及び図3(c)から、Tmax(°C)を1560°C以下とすれば、I領

域とN領域の境界の V/G 値 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) を0.18以上と高いものにできることが判る。したがって、生産性良く所望品質の単結晶を製造することができるようになる。

【0043】

尚、ルツボと原料融液の界面での最高温度 T_{max} ($^{\circ}\text{C}$) は、 HZ を変えることにより変更することができる。

例えば、少なくとも、原料融液を収容するルツボと該ルツボを囲繞するように配置されたヒーターとの間に断熱材を設けること、又はルツボ底面部に断熱材を配設することにより所望範囲に変更することができる。

【0044】

このうち、ルツボ底面部及び側面部に断熱材が配設された単結晶製造装置を図1に示す。この単結晶製造装置1は、ルツボ底面部及び側面部に断熱材17を配設した以外は、図2で示した単結晶製造装置とほとんど同じである。すなわち、ここでは、単結晶製造装置1のうち、メインチャンバー2内の、単結晶4、原料融液6、石英ルツボ7、黒鉛ルツボ8、シャフト9、黒鉛ヒーター10、断熱部材11、黒鉛筒13、断熱材14、そしてルツボの断熱材17を示している。これらのうち、特に、ルツボの断熱材17の数、大きさ、位置、素材等を変えて配設することにより T_{max} ($^{\circ}\text{C}$) を所望範囲に変更することができる。

【0045】

また、 T_{max} ($^{\circ}\text{C}$) は、ルツボサイズを変えることにより変更することもできる。例えば、ルツボのサイズをより小さくすれば、 T_{max} ($^{\circ}\text{C}$) をより低くすることができ、したがって、図6に示すようにルツボサイズを小さくすることで所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する V/G 値をより高く設定することができる。ルツボのサイズを、例えば、引上げる単結晶直径より大きく、かつ2.5倍以下の範囲にすることで、 T_{max} ($^{\circ}\text{C}$) を十分に低くすることができ、したがって、所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する V/G 値を十分に高い範囲に設定できる。

【0046】

以上のような本発明の単結晶の製造方法は、近年ますます単結晶製造装置が多

様化し、所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有するV／G値を正確に予想することが困難となっている上に、品質に対する要求が厳しいものとなっているシリコン単結晶を製造するのに、特に適している。

【0047】

さらに、本発明の単結晶の製造方法は、近年、需要が高まり、品質に対する要求も厳しくなっている直径200mm以上の単結晶を製造するのに、特に有効である。

【0048】

そして、このような本発明の単結晶の製造方法で製造された単結晶は、高品質なものである。

【0049】

【実施例】

以下、本発明を、実施例を挙げて具体的に説明する。

（実施例1）

図1に示したような単結晶製造装置（ルツボ口径600mm（24インチ））を用いて、直径8インチ（200mm）のシリコン単結晶を全面Cuデポ欠陥領域のないN領域となるように引上げることとした。

そのために、まず、ルツボ底面部及び側面部に断熱材を配設し、ルツボと原料融液の界面での最高温度 T_{max} （℃）を、1514℃に設定した。このように設定した T_{max} （℃）から、Cuデポ欠陥領域のないN領域を有する単結晶を製造するためには、V／G値（ $\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$ ）の範囲を、0.21以上0.25以下（ $-0.000724 \times 1514 + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times 1514 + 1.35$ 以下）の範囲にすれば良い（図3（c）参照。）。したがって、全面Cuデポ欠陥領域のないN領域となる単結晶を引上げるために、V／G値（ $\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$ ）の範囲を、安全を取って0.22以上0.24以下の範囲に決定した。次に、この決定したV／G値（ $\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$ ）の範囲に制御して単結晶を引上げた。すなわち、この単結晶製造装置AのHZでは、固液界面の温度勾配Gが、2.337K／mmであったため、引上げ速度Vを0.51mm／min以上0.56mm／minの範囲に制御して引上げた。

このようにして引上げたシリコン単結晶は、検査の結果、全面Cuデポ欠陥領域のないN領域であり、優れた品質のものであった。

【0050】

(実施例2)

実施例1と同様の単結晶製造装置を用いて、直径8インチ(200mm)のシリコン単結晶を全面Cuデポ欠陥領域のないN領域となるように引上げることとした。ただし、ルツボと原料融液の界面での最高温度 T_{max} (°C)を変更するための断熱材を設けなかった。

この単結晶製造装置は、ルツボと原料融液の界面での最高温度 T_{max} (°C)が1560°Cであった。この T_{max} (°C)から、Cuデポ欠陥領域のないN領域を有する単結晶を製造するためには、 V/G 値 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$)の範囲を、0.18以上0.22以下 ($-0.000724 \times 1560 + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times 1560 + 1.35$ 以下)の範囲にすれば良い。したがって、全面Cuデポ欠陥領域のないN領域となる単結晶を引上げるために、 V/G 値 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$)の範囲を、安全を見て、0.19以上0.21以下の範囲に決定した。次に、この決定した V/G 値 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$)の範囲に制御して単結晶を引上げた。すなわち、この単結晶製造装置のHZでは、固液界面の温度勾配 G が、2.500 K/mmであったため、引上げ速度 V を0.48 mm/min以上0.53 mm/minの範囲に制御して引上げた。

このようにして引上げたシリコン単結晶は、検査の結果、全面Cuデポ欠陥領域のないN領域であり、優れた品質のものであった。

【0051】

(実施例3)

実施例1、2の単結晶製造装置とは異なる単結晶製造装置(ルツボの口径が750mm(30インチ))を用いて、直径8インチ(200mm)のシリコン単結晶を全面Cuデポ欠陥領域のないN領域となるように引上げることとした。

この単結晶製造装置は、ルツボと原料融液の界面での最高温度 T_{max} (°C)が1600°Cであった。この T_{max} (°C)から、Cuデポ欠陥領域のないN領域を有する単結晶を製造するためには、 V/G 値 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$)の範囲

を、 0.15 以上 0.19 以下 ($-0.000724 \times 1600 + 1.31$ 以上
 $-0.000724 \times 1600 + 1.35$ 以下) の範囲にすれば良い。したがって、全面Cuデポ欠陥領域のないN領域となる単結晶を上げるために、 V/G 値 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) の範囲を、安全を見込んで、 0.16 以上 0.18 以下の範囲に決定した。次に、この決定した V/G 値 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) の範囲に制御して単結晶を上げた。すなわち、この単結晶製造装置のHZでは、固液界面の温度勾配Gが、 2.674 K/mm であったため、引き上げ速度Vを 0.43 mm/min 以上 0.48 mm/min の範囲に制御して上げた。

このようにして上げたシリコン単結晶は、検査の結果、全面Cuデポ欠陥領域のないN領域であり、優れた品質のものであった。

【0052】

(実施例4)

実施例1とはほぼ同じ単結晶製造装置を用いて、直径8インチ (200 mm) のシリコン単結晶を全面無欠陥領域ではなく、OSFリングを外方に排除して、結晶の径方向ほぼ全面がV領域となるように引き上げることとした。ただし、ここで用いた単結晶製造装置は、原料融液6の表面と断熱材14の下端との距離が実施例1の単結晶製造装置と比較して半分の距離になるように断熱材14の位置を調節したものである。

この単結晶製造装置は、ルツボと原料融液の界面での最高温度 T_{max} ($^{\circ}\text{C}$) が 1514°C であった。この T_{max} ($^{\circ}\text{C}$) から、結晶の径方向ほぼ全面がV領域を有する単結晶を製造するためには、 V/G 値 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) の範囲を、 0.28 以上 ($-0.000724 \times 1514 + 1.38$ 以上) の範囲にすれば良い。また、 V/G 値 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) は、単結晶が変形しないで育成できる範囲である 1.90 以下 ($-0.000724 \times 1514 + 3.0$ 以下) の範囲にする必要がある。したがって、結晶の径方向ほぼ全面がV領域を有する単結晶を上げるために、 V/G 値 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) の範囲を、安全を見込んで、 0.29 以上 0.31 以下の範囲に決定した。次に、この決定した V/G 値 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) の範囲に制御して単結晶を上げた。すなわち、この単結晶製造装置のHZでは、固液界面の温度勾配の最大Gが、 4.07 K/

mmであったため、引上げ速度 V を 1.18 mm/min 以上 1.26 mm/min 以下の範囲に制御して引上げた。

このようにして引上げたシリコン単結晶は、検査の結果、単結晶の径方向ほぼ全面で確実にOSFリングを排除したものとできることを確認できた。

【0053】

実施例1～3から判るように、ルツボと原料融液界面での最高温度 T_{max} (°C)を、 V/G 値を決定する際のパラメーターとして用いることで、それぞれの単結晶製造装置に応じて、Cuデポ欠陥領域のないN領域を有する V/G 値を正確に決定することができた。したがって、このように決定した V/G 値に制御することで、Cuデポ欠陥領域のないN領域を有する単結晶を確実に引上げることができる。また、実施例1、2から判るように、断熱材を配設して、 T_{max} (°C)を低い温度に変更することで、Cuデポ欠陥領域のないN領域を有する V/G 値を高くすることができた。したがって、引上げ速度 V を速めに設定することができ、単結晶の生産性を上げることができた。

【0054】

尚、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

【0055】

例えば本発明では窒素やカーボン等の不純物を添加しない場合（ノンドープ）の単結晶を製造する方法について説明したが、窒素やカーボンなどの不純物を添加する場合、 V/G 値がノンドープとは大きく異なるが、このような場合にも、 T_{max} とは同様の関係にあり、それぞれの不純物、そしてそれらの濃度で変化する欠陥領域に対する V/G 値に対して T_{max} による補正を加えることも、本発明の範囲に包含される。

【0056】

【発明の効果】

以上説明したように、本発明によれば、 V/G 値を制御して単結晶を引上げる

際に、所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有するV／G値をより正確に決定することができ、より確実に所望品質の単結晶を生産性よく引上げることができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

ルツボ底面部及び側面部に断熱材が配設された単結晶製造装置の概略断面図である。

【図 2】

通常の単結晶製造装置の概略断面図である。

【図 3】

所望欠陥領域及び／又は無欠陥領域の単結晶となるV／G値とTmaxの範囲について示したグラフである。

- (a) N領域及びOSF領域となるV／G値とTmaxの範囲、
- (b) V領域となるV／G値とTmaxの範囲、
- (c) Cuデポ欠陥領域のないN領域となるV／G値とTmaxの範囲。

【図 4】

Nv領域とNi領域の境界のV／G値とTmax（℃）の関係を示すグラフである。

【図 5】

成長速度と結晶の欠陥分布を示す説明図である。

【図 6】

Nv領域とNi領域の境界のV／G値とルツボ口径の関係を示すグラフである。

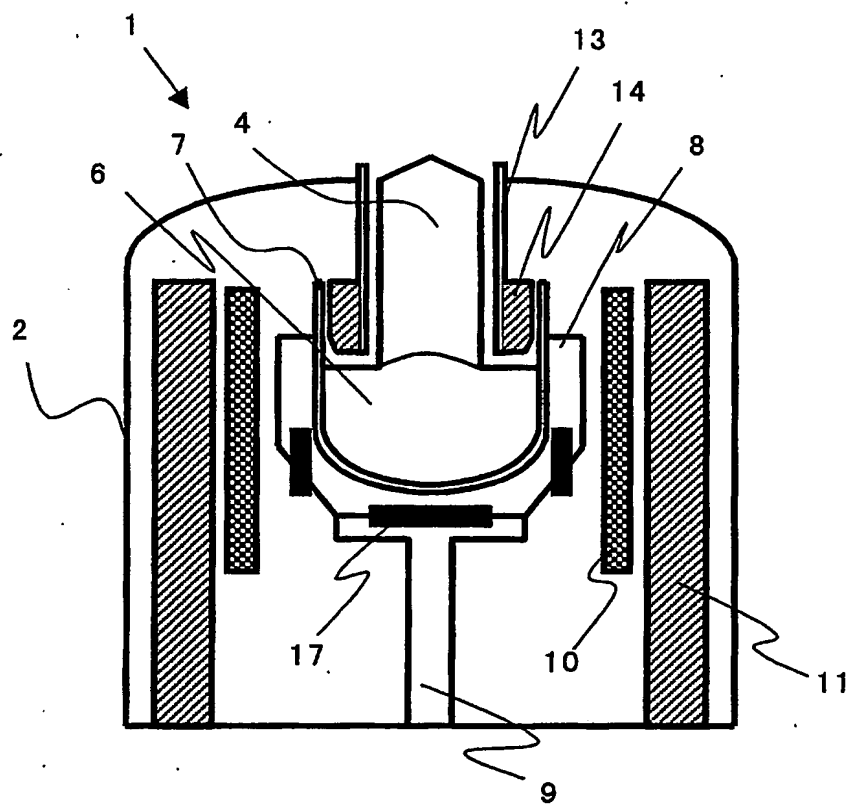
。

【符号の説明】

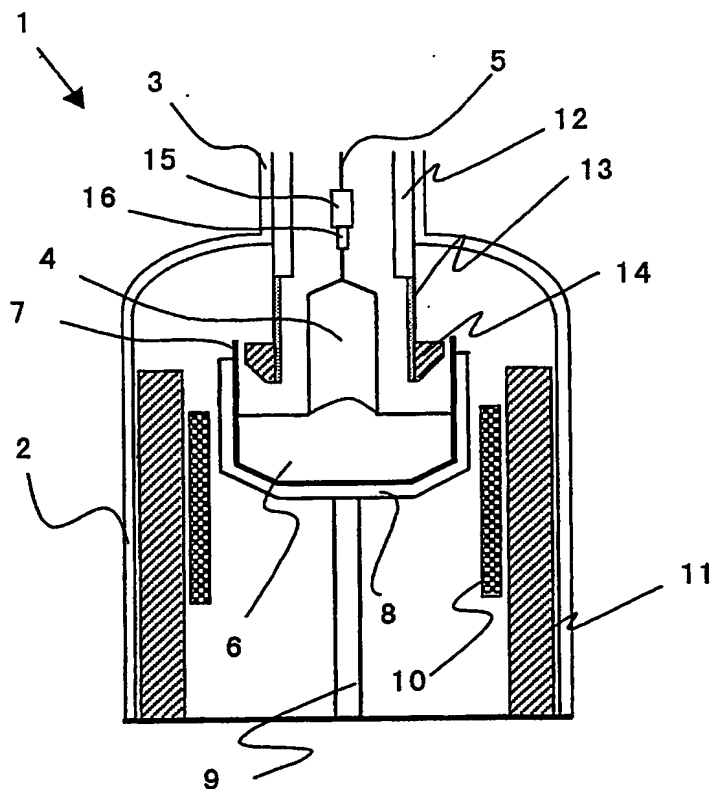
- 1…単結晶製造装置、 2…メインチャンバー、 3…引上げチャンバー、
- 4…単結晶、 5…ワイヤー、 6…原料融液、 7…石英ルツボ、
- 8…黒鉛ルツボ、 9…シャフト、 10…黒鉛ヒーター、
- 11…断熱部材、 12…冷却筒、 13…黒鉛筒、 14…断熱材、
- 15…種ホルダー、 16…種結晶、 17…断熱材。

【書類名】 図面

【図 1】

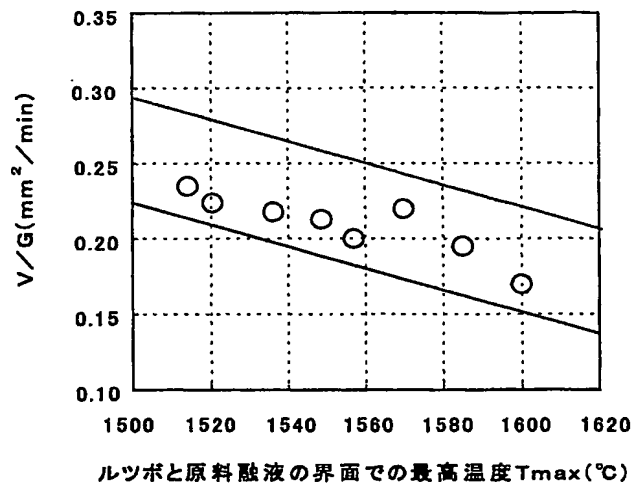


【図 2】

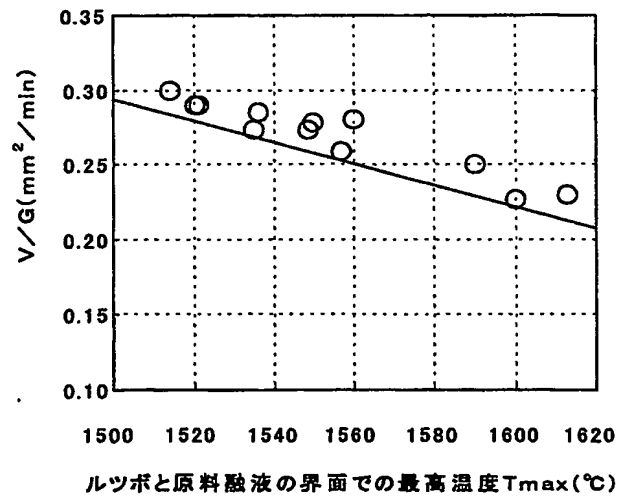


【図 3】

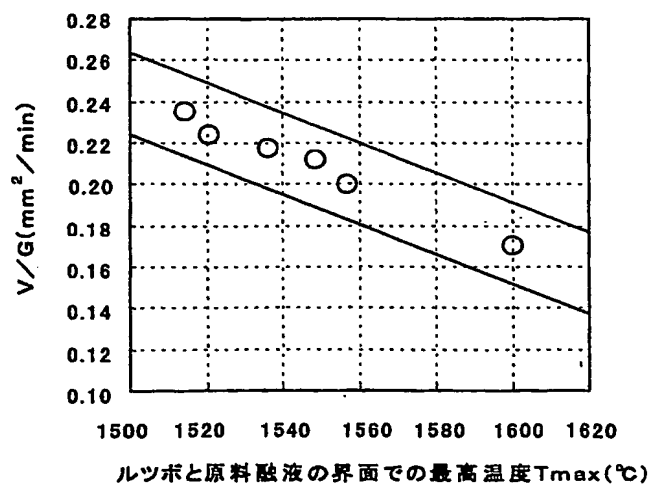
(a)



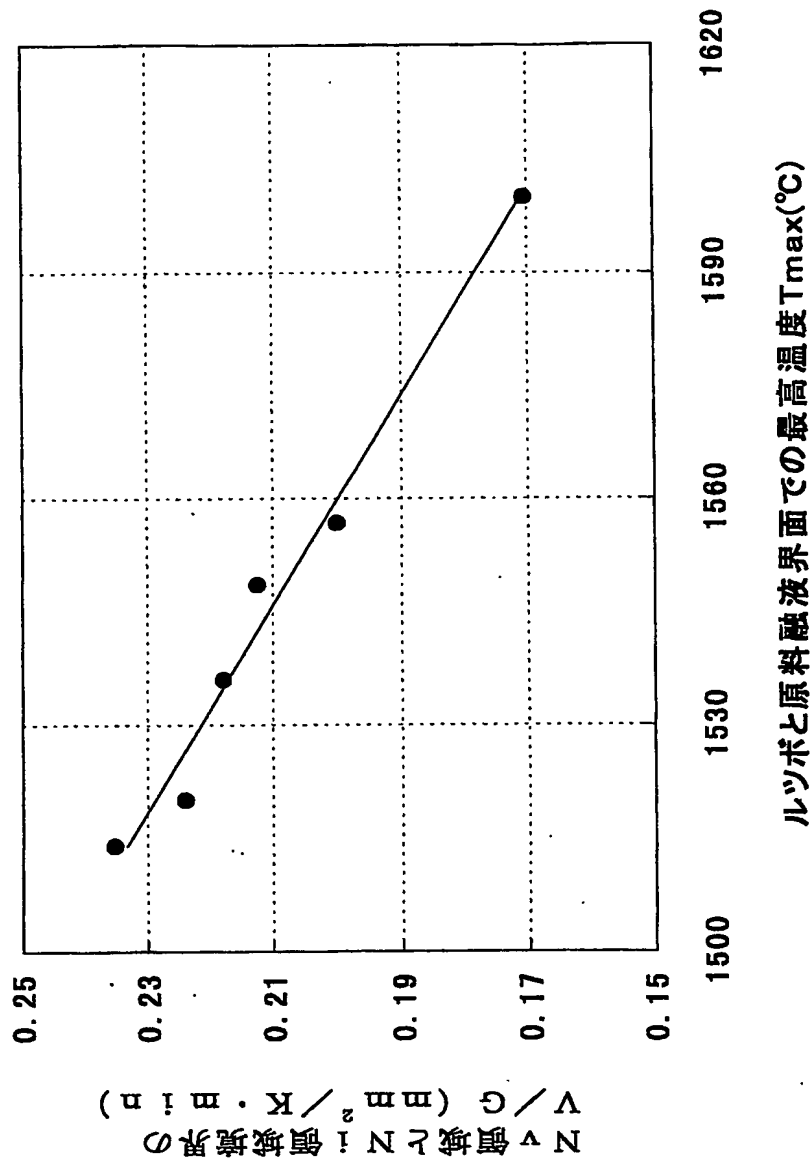
(b)



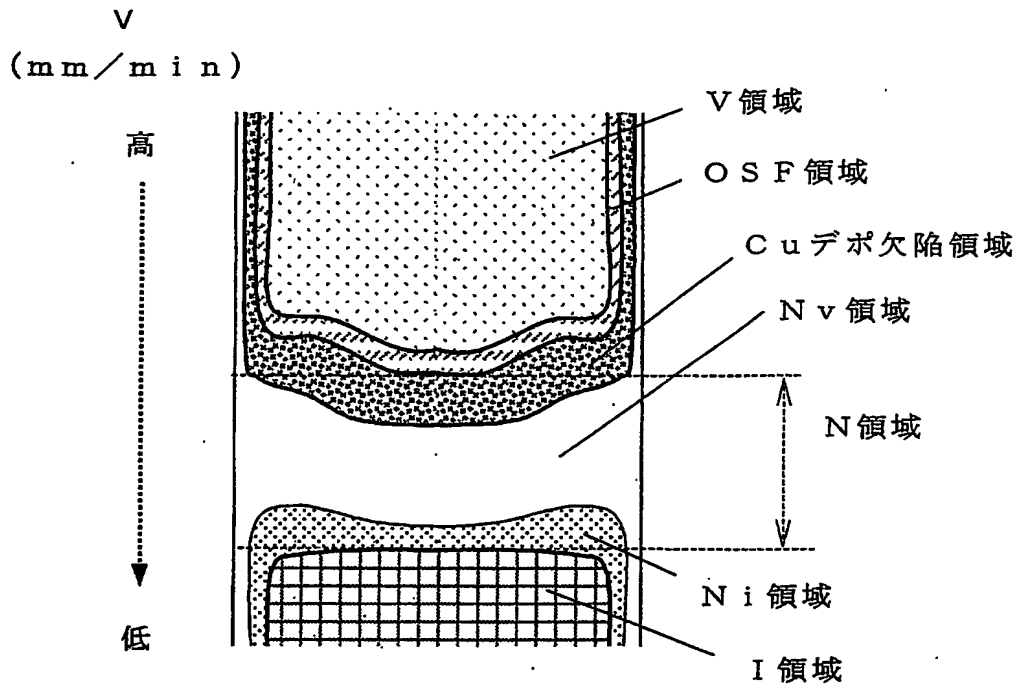
(c)



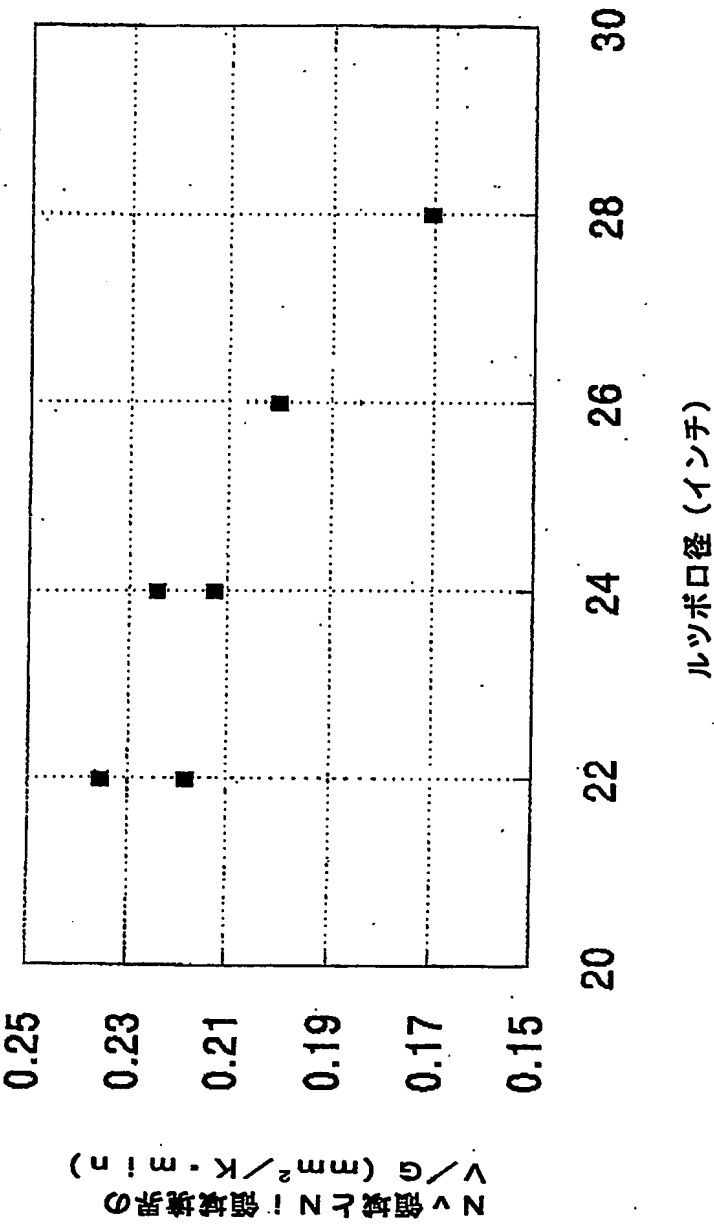
【図 4】



【図 5】



【図 6】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 V/G 値を制御して単結晶を引上げる際に、より正確に所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する V/G 値を決定することができ、より確実に所望品質の単結晶を引上げることができる単結晶の製造方法を提供する。

【解決手段】 チョクラルスキー法により原料融液から種結晶を引上げて単結晶を製造する方法において、単結晶を引上げる際の引上げ速度を V (mm/min)、固液界面の温度勾配を G (K/mm)、ルツボと原料融液の界面での最高温度を T_{max} ($^{\circ}\text{C}$) とした時、少なくとも T_{max} ($^{\circ}\text{C}$) に応じて所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する V/G 値 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) の範囲を決定し、その決定した範囲に V/G ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) の値を制御して単結晶を引上げることを特徴とする単結晶の製造方法。

【選択図】 なし

特願 2003-135085

ページ: 1/E

出願人履歴情報

識別番号

[000190149]

1. 変更年月日
[変更理由]

住所
氏名

1990年 8月 7日

新規登録

東京都千代田区丸の内1丁目4番2号

信越半導体株式会社

This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images
problems checked, please do not report the
problems to the IFW Image Problem Mailbox**